



UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE
United States Patent and Trademark Office
Address: COMMISSIONER FOR PATENTS
P.O. Box 1450
Alexandria, Virginia 22313-1450
www.uspto.gov

APPLICATION NO.	FILING DATE	FIRST NAMED INVENTOR	ATTORNEY DOCKET NO.	CONFIRMATION NO.
09/509,301	06/13/2000	HAROLD JAY WILLIAM	11750-002001	7680

7590 11/12/2003

JOHN F HAYDEN
FISH & RICHARDSON
601 13TH STREET NW
WASHINGTON, DC 20005

EXAMINER

BARRY, CHESTER T

ART UNIT	PAPER NUMBER
----------	--------------

1724

DATE MAILED: 11/12/2003

Please find below and/or attached an Office communication concerning this application or proceeding.

Office Action Summary

Application No.

09/509,301

Applicant(s)

WILLIAM, HAROLD JAY

Examiner

Chester T. Barry

Art Unit

1724

AS/11

-- The MAILING DATE of this communication appears on the cover sheet with the correspondence address --

Period for Reply

A SHORTENED STATUTORY PERIOD FOR REPLY IS SET TO EXPIRE 3 MONTH(S) FROM THE MAILING DATE OF THIS COMMUNICATION.

- Extensions of time may be available under the provisions of 37 CFR 1.136(a). In no event, however, may a reply be timely filed after SIX (6) MONTHS from the mailing date of this communication.
- If the period for reply specified above is less than thirty (30) days, a reply within the statutory minimum of thirty (30) days will be considered timely.
- If NO period for reply is specified above, the maximum statutory period will apply and will expire SIX (6) MONTHS from the mailing date of this communication.
- Failure to reply within the set or extended period for reply will, by statute, cause the application to become ABANDONED (35 U.S.C. § 133).
- Any reply received by the Office later than three months after the mailing date of this communication, even if timely filed, may reduce any earned patent term adjustment. See 37 CFR 1.704(b).

Status

- 1) ☒ Responsive to communication(s) filed on 28 June 2003.
- 2a) ☒ This action is **FINAL**. 2b) ☐ This action is non-final.
- 3) ☐ Since this application is in condition for allowance except for formal matters, prosecution as to the merits is closed in accordance with the practice under *Ex parte Quayle*, 1935 C.D. 11, 453 O.G. 213.

Disposition of Claims

- 4) ☒ Claim(s) 1-12 is/are pending in the application.
- 4a) Of the above claim(s) _____ is/are withdrawn from consideration.
- 5) ☐ Claim(s) _____ is/are allowed.
- 6) ☒ Claim(s) 1-12 is/are rejected.
- 7) ☐ Claim(s) _____ is/are objected to.
- 8) ☐ Claim(s) _____ are subject to restriction and/or election requirement.

Application Papers

- 9) ☐ The specification is objected to by the Examiner.
- 10) ☐ The drawing(s) filed on _____ is/are: a) ☐ accepted or b) ☐ objected to by the Examiner.
- Applicant may not request that any objection to the drawing(s) be held in abeyance. See 37 CFR 1.85(a).
- 11) ☐ The proposed drawing correction filed on _____ is: a) ☐ approved b) ☐ disapproved by the Examiner.
- If approved, corrected drawings are required in reply to this Office action.
- 12) ☐ The oath or declaration is objected to by the Examiner.

Priority under 35 U.S.C. §§ 119 and 120

- 13) ☐ Acknowledgment is made of a claim for foreign priority under 35 U.S.C. § 119(a)-(d) or (f).
- a) ☐ All b) ☐ Some * c) ☐ None of:
1. ☐ Certified copies of the priority documents have been received.
2. ☐ Certified copies of the priority documents have been received in Application No. _____.
3. ☐ Copies of the certified copies of the priority documents have been received in this National Stage application from the International Bureau (PCT Rule 17.2(a)).
- * See the attached detailed Office action for a list of the certified copies not received.
- 14) ☐ Acknowledgment is made of a claim for domestic priority under 35 U.S.C. § 119(e) (to a provisional application).
- a) ☐ The translation of the foreign language provisional application has been received.
- 15) ☐ Acknowledgment is made of a claim for domestic priority under 35 U.S.C. §§ 120 and/or 121.

Attachment(s)

- 1) ☒ Notice of References Cited (PTO-892)
- 2) ☐ Notice of Draftsperson's Patent Drawing Review (PTO-948)
- 3) ☐ Information Disclosure Statement(s) (PTO-1449) Paper No(s) _____
- 4) ☐ Interview Summary (PTO-413) Paper No(s). _____
- 5) ☐ Notice of Informal Patent Application (PTO-152)
- 6) ☐ Other: _____

Art Unit: 1724

Claims 1 – 12 are rejected under 35 USC 35 U.S.C. Sec. 102(b) as anticipated by WO 94/00237 to Monash University (published 6 January 1994)(hereinafter "Lawson").

Lawson describes a material comprising an ion exchange material dispersed or distributed within a polyurethane polymer. The polyurethane polymer may be swollen by toluene (page 7 line 36). Accordingly, given the broadest reasonable construction of the claims that is not inconsistent with the specification, Lawson's material is "superabsorbent."

Also, there does not appear to be any indication in Lawson – or elsewhere on this record – that a polyurethane foam capable of absorbing toluene cannot also absorb water notwithstanding the widely recognized nature of toluene as a hydrophobic organic solvent and water as a hydrophilic aqueous solvent. That is, there is no indication on this record that the Lawson polyurethane foam cannot absorb hydrophilic water as well as a hydrophobic organic solvent, such as toluene.

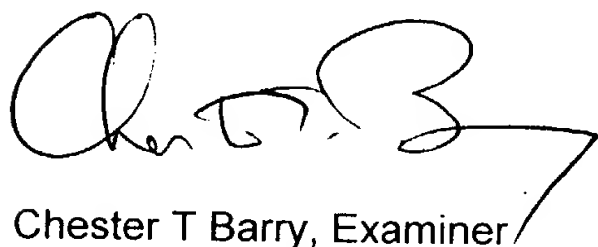
USP 5838863 at col 11 line 65+, USP 5104909 (entire document), and JP 2-140216 are cited to show that polyurethane foams are widely recognized as being water absorbent.

Claims 1 – 12 are rejected under 35 USC §112(2nd) as failing to particularly point out and distinctly claim the subject matter for which patent protection is sought. The distinction, if there is one, between the Lawson disclosure and the invention of at least

Art Unit: 1724

claims 1 and 6, lies in a reasonably precise understanding of the distinction between a "superabsorbent" polyurethane foam and other polyurethane foam materials that are not fairly characterized as "superabsorbent." The art of record does not appear to provide a reasonably precise standard by which this distinction may be made with a reasonable degree of certainty. Applicant's specification does not provide a reasonably clear definition of what applicant regards as a "superabsorbent" polymer in terms that provide the public with fair notice of the metes and bounds of the claimed subject matter.

THIS ACTION IS MADE FINAL. Applicant is reminded of the extension of time policy as set forth in 37 CFR 1.136(a). A shortened statutory period for reply to this final action is set to expire **THREE MONTHS** from the mailing date of this action. In the event a first reply is filed within **TWO MONTHS** of the mailing date of this final action and the advisory action is not mailed until after the end of the **THREE-MONTH** shortened statutory period, then the shortened statutory period will expire on the date the advisory action is mailed, and any extension fee pursuant to 37 CFR 1.136(a) will be calculated from the mailing date of the advisory action. In no event, however, will the statutory period for reply expire later than **SIX MONTHS** from the mailing date of this final action.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Chester T. Barry", with a stylized flourish extending from the end of the signature.

Chester T Barry, Examiner

703-306-5921

Notice of References Cited

Application/Control No.

09/509,301

Applicant(s)/Patent Under

Reexamination

WILLIAM, HAROLD JAY

Examiner

Chester T. Barry

Art Unit

1724

Page 1 of 1

U.S. PATENT DOCUMENTS

*		Document Number Country Code-Number-Kind Code	Date MM-YYYY	Name	Classification
	A	US-5,104,909	04-1992	Grasel et al.	521/159
	B	US-5,838,863	11-1998	Fujiura et al.	385/103
	C	US-			
	D	US-			
	E	US-			
	F	US-			
	G	US-			
	H	US-			
	I	US-			
	J	US-			
	K	US-			
	L	US-			
	M	US-			

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

*		Document Number Country Code-Number-Kind Code	Date MM-YYYY	Country	Name	Classification
	N	2-140216	05-1990	JAPAN	-	
	O					
	P					
	Q					
	R					
	S					
	T					

NON-PATENT DOCUMENTS

*		Include as applicable: Author, Title Date, Publisher, Edition or Volume, Pertinent Pages)
	U	
	V	
	W	
	X	

*A copy of this reference is not being furnished with this Office action. (See MPEP § 707.05(a).)
Dates in MM-YYYY format are publication dates. Classifications may be US or foreign.

DERWENT-ACC-NO: 1990-207200

DERWENT-WEEK: 199748

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Water-absorbent polyurethane foam prepn. - by one-shot technique using poly:isocyanate and poly:ol composed of polyether poly:ol

PRIORITY-DATA: 1988JP-0294315 (November 21, 1988)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES
MAIN-IPC			
JP 02140216 A	May 29, 1990	N/A	010 N/A
JP 2669548 B2	October 29, 1997	N/A	009 C08G
018/48			

INT-CL (IPC): C08G018/08, C08G018/48

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 02140216A

BASIC-ABSTRACT:

Prepn. of water-absorbent polyurethane foam by one-shot technique uses, as organic polyisocyanate and polyol component composed of (I) polyether polyol with average mol. wt. 1,500-12,000 and content of polyoxyethylene unit by 40-90 wt.% and (II) polyethylene glycol with average mol, wt. 300-12,000 in wt. ratio (I)/(II) of 85:15-15:85.

Polyether polyol (I) is pref. difunctional polyether polyol. USE/ADVANTAGE - the polyurethane foam is usable for sanitary goods, e.g. napkin and diaper, packaging material for foods, vegetation base etc.. The prepn. gives polyurethane foam with very high water absorption performance and good elasticity.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1ing

⑫ 公開特許公報(A) 平2-140216

⑤Int. Cl.³
C 08 G 18/48識別記号
NEA庁内整理番号
7602-4 J

⑬公開 平成2年(1990)5月29日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全10頁)

⑭発明の名称 吸水性ポリウレタンフォームの製造方法

⑮特 願 昭63-294315

⑯出 願 昭63(1988)11月21日

⑰発明者 明 和 善 平 和歌山県和歌山市大谷173
 ⑰発明者 南 部 博 美 和歌山県和歌山市北島117-2
 ⑰発明者 濱 島 美 次 栃木県芳賀郡市貝町大字市塙4599-1
 ⑰発明者 小 林 隆 俊 栃木県宇都宮市今泉町3009-1
 ⑰出願人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
 ⑰代理人 弁理士 古 谷 馨

明 細 書

1. 発明の名称

吸水性ポリウレタンフォームの製造方法

2. 特許請求の範囲

1. ポリオール及び有機ポリイソシアネートを必須成分としてポリウレタンフォームを製造するにあたり、ポリオールとして、平均分子量が1,500乃至15,000の範囲でポリオキシエチレン単位の含有量が40乃至90重量%であるポリエーテルポリオール(Ⅰ)と、平均分子量が300乃至12,000の範囲であるポリエチレングリコール(Ⅱ)からなり、且つポリエーテルポリオール(Ⅰ)とポリエチレングリコール(Ⅱ)との重量比が85:15乃至15:85の範囲からなるポリオールを用い、ワンショット法により製造することを特徴とする吸水性ポリウレタンフォームの製造方法。
2. ポリエーテルポリオール(Ⅰ)が、2官能ポリエーテルポリオールである請求項1記載の吸水性ポリウレタンフォームの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は吸水性ポリウレタンフォームの製造方法に関するものであり、更に詳しくは、弾性を有するフォームであって、且つ水系液体の吸収性能・保持性能に優れた吸水性ポリウレタンフォームの製造方法に関するものである。

(従来の技術及び発明が解決しようとする課題)

従来、吸水性・保水性を有する親水性ポリウレタンフォームの製造法としては、可撓性のポリウレタンフォームに吸水性樹脂を添加する方法、特定の親水性基を有するポリオールを使用する方法等が提案されているが、これらは以下に述べるような問題点がある。例えば吸水性樹脂を添加する方法については、吸水性樹脂が固体であるためフォーム中に均一に分散させることが難しく、均一性に欠き、部分的に親水性に乏しい部分を生じる欠点を有していた。又、吸水・膨潤時に、添加した吸水性樹脂が脱離するという欠点を有していた。

次にブレポリマー法によるものとして、特開昭49-69794号公報に開示されている方法は、2官能以上のポリオキシエチレンポリオールを有機ポリイソシアネートと反応させたブレポリマーを使用するが、水を多量に使用するため多くの尿素結合が生成し、親水性が阻害されるため、吸収量の多い親水性ポリウレタンフォームは得られなかった。又、ブレポリマー法は工程が煩雑となり、経済性の面でも不利である。

更にワンショット法については特公昭52-6316号公報、特開昭56-43247号公報、特開昭59-64620号公報等が開示されているが、いずれも、親水性ポリウレタンフォームとしては優れたものであり、幾分の吸湿性能はあるが、液体の吸収性能は小さく、吸水性ポリウレタンフォームとしては不十分であった。

又、吸収量を上げる目的でポリオール成分の酸化エチレン含有量を50重量%以上にすると、発泡倍率も高々10倍で、しかもこれを用いて得られたポリウレタンフォームは、経時的に約15

%以上も寸法収縮するため、特殊な整泡剤や気泡安定化剤、気泡収縮抑制剤の使用が必須条件となっていた。

(課題を解決するための手段)

本発明者らはこれら従来技術における課題を解決するべく、鋭意検討の結果、特殊な整泡剤、気泡安定化剤、気泡収縮抑制剤等を用いなくとも、均一で寸法安定性の良好なポリウレタンフォームが得られ、弾性を有し、且つ極めて高い吸水性能をもった吸水性ポリウレタンフォームを与える方法を見出し、本発明を完成するに至った。

即ち、本発明は、ポリオール及び有機ポリイソシアネートを必須成分としてポリウレタンフォームを製造するにあたり、ポリオールとして、平均分子量が1,500乃至15,000の範囲でポリオキシエチレン単位の含有量が40乃至90重量%であるポリエーテルポリオール(I)と、平均分子量が300乃至12,000の範囲であるポリエチレングリコール(II)からなり、且つポリエーテ

3

ルポリオール(I)とポリエチレングリコール(II)との重量比が85:15乃至15:85の範囲からなるポリオールを用い、ワンショット法により製造することを特徴とする吸水性ポリウレタンフォームの製造方法を提供するものである。

本発明に使用されるポリエーテルポリオール(I)は、各種ポリオール類を開始剤として、酸化エチレン、その他のエポキシド類を反応させることにより得られるが、開始剤としては例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキシレングリコール等のジオール類、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ヘキサントリオール等のトリオール類が挙げられる。開始剤は、例えばジオール類とトリオール類との混合開始剤でもよく、或いは単独開始剤でも良い。特に、2官能のポリエーテルポリオールを与えるジオール類のみを用いた場合の吸水性能が優れており、好ましい。

5

4

又、酸化エチレンと併用するその他のエポキシドとしては酸化プロピレン、酸化ブチレンなどが挙げられる。更に酸化エチレンと他のエポキシドとの重合は、ランダム共重合又はブロック共重合のどちらでも良い。

本発明においてポリエーテルポリオール(I)の平均分子量は1,500乃至15,000の範囲のものが使用できる。より好ましくは4,000乃至12,000の範囲である。平均分子量が1,500未満のものを使用すると、出来上がったフォームは吸収性能が小さく、本発明の目的には適当ではない。又、該ポリオールの平均分子量が15,000を超えるものを使用する場合、熔融時の粘度が高いため取り扱いにくいばかりか、発泡安定性が悪く、出来上がったフォームの機械的強度が小さく、実用性に欠けるものとなる。

本発明において、ポリエーテルポリオール(I)中のポリオキシエチレン単位の含有量は40乃至90重量%であり、より好ましくは50乃至80重量%である。40重量%未満の場合、出来上がった

6

フォームは発泡安定性が悪く、吸収性能も劣ったものとなる。又、ポリオキシエチレン単位の含有量が90重量%を超える場合、発泡安定性が悪く、吸収・膨潤時の機械的強度が極めて小さいものとなる。

本発明に使用されるポリエチレングリコール(Ⅱ)は、平均分子量300乃至12,000の範囲のものが使用でき、より好ましくは400乃至9,000の範囲である。平均分子量が300未満の場合、発泡安定性が悪く、又吸収性能も劣り、一方平均分子量が12,000を超える場合、溶解時の粘度が高く、又固化しやすくなったりして、取り扱いにくいばかりか、発泡安定性が悪く、フォームの機械的強度も小さく実用性に欠けるものとなる。

本発明は、ポリオール成分として、ポリエーテルポリオール(Ⅰ)とポリエチレングリコール(Ⅱ)とを併用するものであるが、ポリエーテルポリオール(Ⅰ)とポリエチレングリコール(Ⅱ)との重量比は、85:15乃至15:85の範

囲であり、好ましくは80:20乃至20:80の範囲で用いられる。ポリエーテルポリオール(Ⅰ)が15部未満の場合、吸収・膨潤後の機械的強度が小さく、又、ポリエーテルポリオール(Ⅰ)が85部を超える場合、発泡安定性が悪いため、フォームの均一性に欠け、又、収縮するので好ましくない。

本発明においては、上記ポリオール成分と有機ポリイソシアネートとを必須成分とするが、他に架橋剤、整泡剤、消泡剤、触媒、発泡剤等、一般に軟質ポリウレタンフォームの製造において使用されるものを適宜使用することができる。

有機ポリイソシアネートとしては、トルエンジイソシアネートの2,4-異性体、2,6-異性体の単独又は混合物、ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフタレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート等が使用される。

架橋剤は多官能性であってイソシアネート基と反応するものであることが望ましく、必要に

7

応じ添加される。例えば、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ポリエチレンジアミン、グリセリン、トリメチロールプロパン、トリメチロールプロパンの酸化エチレン付加物、2,4,6-トリアミノトルエン、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、エタノールアミン、ジエタノールアミン、ヒドラジン、トリエタノールアミンなどが使用される。

整泡剤としては、ポリオキシアリキレンシロキサン共重合体等のシリコン系整泡剤、又は各種脂肪酸の酸化エチレン及び／又は酸化プロピレン付加物のスルホン化物等の界面活性剤が用いられる。

消泡剤としては、一般的なシリコン系消泡剤や界面活性剤等が用いられる。

触媒としてはアミン系触媒、有機金属触媒、アルカリ触媒などが用いられる。

発泡剤としては水又は低沸点ハロゲン化炭化

8

水素を単独であるいは組み合わせて用いることができる。

更に、必要に応じ無機・有機の充填剤や顔料等の着色剤、防腐剤、芳香剤、その他助剤を添加することができる。

又、得られた吸水性ポリウレタンフォームの被吸収液との濡れ性を高め、初期の吸収速度を向上させる目的で種々の界面活性剤や、ケイ酸ナトリウム、炭酸カルシウム、リン酸三カルシウム等の無機物の添加も有効である。

本発明においては、上記のような原料を用いて、ワンショット法により製造することにより発泡安定性が良く、高い吸収性・保持性能を有する吸水性ポリウレタンフォームが得られる。又、吸収・膨潤時の機械的強度及び長時間の水浸漬によっても崩壊等の変化がない。

本発明におけるポリオール成分を用いて、プレポリマー法によりポリウレタンフォームを製造することもできるが、工程が煩雑となる等不利な点があり、好ましくない。

9

10

本発明の製造方法により得られる吸水性ポリウレタンフォームは吸水・膨潤後も、乾燥によって元の状態に戻るとともに、再使用も可能である。又、本発明において、更にポリアクリル酸塩系、ポリエチレンオキサイド系、ポリビニルアルコール系、カルボキシメチルセルロース系等の従来公知の吸水性樹脂を複合化させることもできる。

〔発明の効果〕

本発明による弾性を有する吸水性ポリウレタンフォームは従来の親水性ポリウレタンフォームと同様に、玩具、化粧用具、洗浄用具等の用途に使用することができる他、より吸収性能が要求される、生理用ナプキン、使い捨ておむつなどの衛生・医療用品、並びに野菜などの鮮度保持剤、保水剤、湿潤用部材などの農林業分野、ドリップ吸収シート等の食品包装分野、ワイパー等の家庭用雑貨類等、液体の吸収及び吸収した液体の保持が必要とされる用途に好適に使用することができる。

1 1

した。

結果を表1～7に示す。

尚、表1～7において、NCO index とは反応混合物中の活性水素化合物との反応に必要なポリイソシアネートの理論量に対する実際に使用したポリイソシアネートの割合(%)を示す。

1 3

〔実施例〕

以下、本発明の製造方法を実施例によって具体的に説明する。尚、反応混合物の各成分の使用量はポリオール成分を100とする重量部で表す。

実施例1～27、比較例1～9

下記に示す各種ポリオールに、下記に示す架橋剤、触媒、発泡剤、必要に応じ消泡剤、整泡剤、界面活性剤、充填剤等を、表1～7に示すような配合割合で加え、15秒間高速攪拌した。しかるのち、有機ポリイソシアネート(TDI、住友バイエルウレタン調整スミジュールT-80)を表1～7に示す量添加し、攪拌・混合したのち：放置すると、数分で発泡・ゲル化した。ゲル化後、50℃の保温槽内に20分間放置し反応を完結させた。

このようなワンショット法により得られたポリウレタンフォームについて下記評価方法により発泡安定性、フォーム密度、吸収量、吸収保持量、吸収速度、体積膨潤率、吸水時間を測定

1 2

＜使用したポリオール＞

	品 名 (品 番)	メーカ	平均 分子量	EO含有率 (重量%)
ポリオールA	ブルロニックP88 *1	旭電化工業㈱	10,800	80
" B	ブルロニックP68 *1	"	8,350	80
" C	ブルロニックP85 *1	"	4,600	50
" D	ブルロニックL61 *1	"	2,000	10
" E	ランダム-1 *2	合 成 品	6,300	80
" F	ランダム-2 *2	"	4,900	80
" G	ランダム-3 *2	"	4,600	50
PEG 6000	ポリエチレングリコール6000	片山化学工業㈱	8,300	
" 4000	ポリエチレングリコール4000	"	3,100	
" 2000	ポリエチレングリコール2000	"	2,000	
" 600	ポリエチレングリコール600	"	610	
" 400	ポリエチレングリコール400	"	400	

注) *1 酸化エチレン/酸化プロピレンブロックポリマー

*2 ランダム-1、-2、-3 :

エチレングリコールを開始剤とし、酸化エチレン(EO)と酸化プロピレン(PO)を所定量ランダム共重合することにより得たポリエーテルポリオールである。

1 4

<使用した架橋剤>

DEA : ジエタノールアミン, 和光純薬工業製

TEA : トリエタノールアミン, 和光純薬工業製

グリセリン: 和光純薬工業製

TMP-30: トリメチロールプロパンE030モル付加物

<使用した触媒>

カオーライザーNo 1: 花王製、テトラメチルヘキサメチレンジアミン

スタナスオクトエート: 和光純薬工業製

トリエチレンジアミン: 和光純薬工業製

<使用した消泡剤>

SH 200: 粘度100cs (25℃) ジメチルポリシロキサン、トーレシリコン製

<使用した整泡剤>

製品名	メーカー	
L-532	日本ユニカー製	シリコン整泡剤
L-5340	"	"
L-5421	"	"
L-540	"	"
SR 253	トーレ・シリコン製	"
SH 193	"	"

<使用した界面活性剤>

活性剤 A: ラウリルアルコールE06モル付加体のメチルキャップ化物

活性剤 B: ソルビタン脂肪酸エステルE0付加物

<使用した充填剤>

炭酸カルシウム: 片山化学工業製, 平均粒子径10 μ

ケイ酸カルシウム: 片山化学工業製, 平均粒子径3 μ

15

<フォームの評価法>

A. 吸収量

乾燥した5mm厚の試験片約1gを精秤した後、10×10mm角に切り、300mlのビーカーに入れる。生理食塩水100mlを加え、フォームが浮かない様金網で強制的に浸漬し、30分間放置した。その後、80meshの金網上に5時間放置して水をきり、フォームの重量を測定した。以下に示す式により吸収量を求めた。

$$\text{吸収量 (g/g)} = \frac{W_1 - W_0}{W_0}$$

W_0 : 乾燥時のポリウレタンフォームの重量 (g)

W_1 : 吸収後のポリウレタンフォームの重量 (g)

B. 吸収保持量

吸収量評価に用いた吸収後のポリウレタンフォームを遠心分離機にて1,500rpm×5分間脱水し、脱水後のフォーム重量を測定

16

した。以下に示す式により吸収保持量を求めた。

$$\text{吸収保持量 (g/g)} = \frac{W_2 - W_0}{W_0}$$

W_0 : 乾燥時のポリウレタンフォームの重量 (g)

W_2 : 脱水後のポリウレタンフォームの重量 (g)

C. 吸収速度

第1図に示す装置を用い生理食塩水の吸収速度を測定する。

ビューレット1中の生理食塩水7の液面と測定台2を等高位にセットし、測定台2中の直径70mmのガラスフィルター3 (No 1)上に濾紙4 (No 2)、試験片5 (5mm厚、0.6g、円形)を乗せ、直ちに荷重6 (385g)を乗せた後、10分間放置する。この間に吸収した生理食塩水の量を吸収速度として表した。

D. 体積膨潤率

17

18

乾燥した $30 \times 30 \times 5$ mmの試験片を生理食塩水に30分間浸漬後、体積を測定し、元の試験片の体積との比を倍率で表した。

E. 吸水時間

乾燥した $30 \times 30 \times 5$ mmの試験片を水平に置き、1 mlの生理食塩水をフォーム表面に滴下する。フォーム表面の生理食塩水が完全に吸収されるまでの時間を秒で表す。

F. 発泡安定性

○：ワンショット法の製造条件にて反応完結後、室温放置しても、収縮等がほとんどみられない。

△：収縮率が5～30%。

×：収縮率が30%以上。

19

表 1

実施例		1	2	3	4	5	6
ポリエーテルポリオール(I)	ポリオール A	75	50	25			
	ポリオール B				50		
	ポリオール C					25	
	ポリオール E						50
PEG (II)	PEG 2000	25	50	75	50	75	50
有機イソシアネート	TDI	37.9	39.8	40.8	38.9	40.4	38.7
架橋剤	DEA	2	2	2	2	2	2
触媒	カオーライザーNo 1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
発泡剤	水	3	3	3	3	3	3
消泡剤	SH 200	1	1	1	1	1	1
界面活性剤	活性剤 A	1	1	1	1	1	1
	活性剤 B	1	1	1	1	1	1
NCO index		100	100	100	100	100	100
特性	発泡安定性	○	○	○	○	○	△
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.107	0.059	0.139	0.060	0.194	0.272
吸収性能	吸収量 (g/g)	21.4	25.4	11.5	23.7	12.2	23.3
	吸収保持量 (g/g)	6.4	5.0	3.5	5.2	3.1	6.8
	吸収速度 (g/0.6g・10分)	3.6	3.5	1.0	2.9	1.3	2.1
	体積膨潤率 (倍)	2.4	2.2	2.3	2.2	2.2	3.2
	吸水時間 (秒)	21	40	60<	37	13	10

表 2

実施例		7	8	9	10	11	12
ポリエーテル ポリオール (I)	ポリオール A	60	75	50	75	50	50
PEG (II)	PEG 400	40					
	PEG 600		25				
	PEG 2000					50	50
	PEG 4000			50			
	PEG 6000				25		
有機イソシアネート	TDI	52.5	42.7	38.1	37.9	35.0	42.8
架橋剤	DEA	2	2	2	2	2	2
触媒	カオーライザー No 1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
発泡剤	水	3	3	3	3	3	3
消泡剤	SH 200	1	1	1	1	1	1
界面活性剤	活性剤 A	1	1	1	1	1	1
	活性剤 B	1	1	1	1	1	1
NCO index		100	100	100	100	90	110
特性	発泡安定性	○	○	○	○	○	○
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.081	0.065	0.077	0.102	0.061	0.063
吸収性能	吸収量 (g/g)	16.8	15.7	17.6	16.9	20.8	16.9
	吸収保持量 (g/g)	3.0	4.8	6.3	6.6	4.3	5.4
	吸収速度 (g/0.6g・10分)	2.9	2.0	3.2	3.1	2.0	1.4
	体積膨潤率 (倍)	2.4	2.5	2.3	2.5	2.7	2.1
	吸水時間 (秒)	22	35	23	20	30	24

21

表 3

実施例		13	14	15	16	17	18
ポリエーテル ポリオール (I)	ポリオール A	50	50	50	50	50	50
PEG (II)	PEG 2000	50	50	50	50	50	50
有機イソシアネート	TDI	39.8	39.8	39.8	39.8	39.8	39.8
架橋剤	DEA	2	2	2	2	2	2
触媒	カオーライザー No 1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
発泡剤	水	3	3	3	3	3	3
整泡剤	L-532	1	0	0	0	0	0
	L-5340	0	1	0	0	0	0
	L-5421	0	0	1	0	0	0
	SR 253	0	0	0	1	0	0
	SH 193	0	0	0	0	1	0
	L-540	0	0	0	0	0	1
NCO index		100	100	100	100	100	100
特性	発泡安定性	○	○	○	○	○	○
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.121	0.064	0.045	0.191	0.061	0.105
吸収性能	吸収量 (g/g)	12.1	10.4	12.8	10.2	18.7	17.3
	吸収保持量 (g/g)	3.9	3.6	3.2	4.2	4.1	3.9
	吸収速度 (g/0.6g・10分)	2.3	1.2	0.4	2.6	0.6	1.8
	体積膨潤率 (倍)	2.6	1.4	1.7	2.9	2.2	2.3
	吸水時間 (秒)	18	45	60<	10	60<	60<

22

表 4

実施例		19	20	21	22	23	24	25
ポリエーテルポリオール (I)	ポリオール A	50	50	50	50	50	50	50
PEG (II)	PEG 2000	50	50	50	50	50	50	50
有機イソシアネート	TDI	41.2	47.5	39.1	39.8	39.8	39.8	39.8
触媒	カオーライザー Na 1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0
	スタナスオクトエート	0	0	0	0	0	0	0.7
発泡剤	水	3	3	3	3	3	3	3
架橋剤	TEA	4	0	0	0	0	0	0
	グリセリン	0	4	0	0	0	0	0
	TMP-30	0	0	18.2	0	0	0	0
	DEA	0	0	0	0	2	2	2
界面活性剤	活性剤 A	1	1	1	1	2.5	0	1
	活性剤 B	1	1	1	1	2.5	0	1
消泡剤	SH 200	1	1	1	1	1	1	1
NCO index		100	100	100	100	100	100	100
特性	発泡安定性	○	○	○	○	○	○	○
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.062	0.056	0.103	0.063	0.070	0.081	0.071
吸収性能	吸収量 (g/g)	16.5	12.3	19.9	15.9	22.6	30.5	11.3
	吸収保持量 (g/g)	5.2	3.6	4.7	6.3	3.1	3.0	3.0
	吸収速度 (g/0.6・10分)	0.9	0.6	1.5	1.0	3.1	1.1	0.4
	体積膨潤率 (倍)	2.2	2.1	2.7	2.2	2.5	2.5	2.2
	吸水時間 (秒)	60<	60<	60<	37	21	60<	32

23

表 5

実施例		26	27
ポリエーテルポリオール (I)	ポリオール A	50	75
PEG (II)	PEG 2000	50	25
有機イソシアネート	TDI	39.8	47.1
架橋剤	DEA	2	2
触媒	カオーライザー Na 1	0.7	0
発泡剤	水	3	4
消泡剤	SH 200	1	1
界面活性剤	活性剤 A	1	1
	活性剤 B	1	1
充填剤	炭酸カルシウム	20	0
	ケイ酸ナトリウム	0	20
NCO index		100	100
特性	発泡安定性	○	○
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.072	0.052
吸収性能	吸収量 (g/g)	18.4	33.3
	吸収保持量 (g/g)	4.1	4.3
	吸収速度 (g/0.6g・10分)	2.7	1.5
	体積膨潤率 (倍)	2.4	2.1
	吸水時間 (秒)	19	3

24

表

6

比較例		1	2	3	4	5	6	7
ポリエーテルポリオール (I)	ポリオール A	100				100	100	100
	ポリオール D		100					
PEG (II)	PEG 2000			100				
	PEG 4000				100			
有機イソシアネート	TDI	36.0	42.5	43.7	40.3	36.0	36.0	36.0
架橋剤	DEA	2	2	2	2	2	2	2
触媒	カオーライザー No. 1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7
発泡剤	水	3	3	3	3	3	3	3
消泡剤	SH 200	1	1	1	1	0	0	0
界面活性剤	活性剤 A	1	1	1	1	0	0	3
	活性剤 B	1	1	1	1	0	0	3
整泡剤	L-5340	0	0	0	0	1	0	0
	L-532	0	0	0	0	0	1	0
	SR 253	0	0	0	0	0	0	1
NCO index		100	100	100	100	100	100	100
特性	発泡安定性	×	×	×	×	×	×	△
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.159	0.550	0.220	0.374	0.183	0.234	0.283
吸収性能	吸収量 (g/g)	6.5	2.3	10.8	9.6	9.0	12.1	8.8
	吸収保持量 (g/g)	4.2	0.5	4.5	3.4	4.7	3.4	2.4
	吸収速度 (g/0.6・10分)	0.5	0	0.2	0	0.8	2.0	0.9
	体積膨潤率 (倍)	1.8	1.5	1.9	1.8	2.2	2.8	2.4
	吸水時間 (秒)	50	60<	60<	60<	20	60<	60<

25

表 7

比較例		8	9
ポリエーテルポリオール (I)	ポリオール C	100	
	ポリオール F		50
	ポリオール G		50
有機イソシアネート	TDI	37.6	28.6
架橋剤	DEA	2	0
触媒	カオーライザー No. 1	0.7	0
	スタナスオクトエート	0	0.2
	トリエチレンジアミン	0	0.15
発泡剤	水	3	2.5
	トリクロルモノフルオロメタン	0	3
整泡剤	L-532	1	0
	SH 193	0	1
NCO index		100	100
特性	発泡安定性	△	○
	フォーム密度 (g/cm ³)	0.070	0.066
吸収性能	吸収量 (g/g)	9.3	9.5
	吸収保持量 (g/g)	1.7	1.5
	吸収速度 (g/0.6g・10分)	0.9	0.4
	体積膨潤率 (倍)	2.3	2.2
	吸水時間 (秒)	60<	60<

26

表 1～7 から明らかなように、本発明の実施例で得られたポリウレタンフォームは弾性を有し、優れた吸収性能、保持性能を有していた。

一方、比較例で得られたフォームは発泡安定性が悪いため弾性に乏しく、吸収性能が劣っていた。

4. 図面の簡単な説明

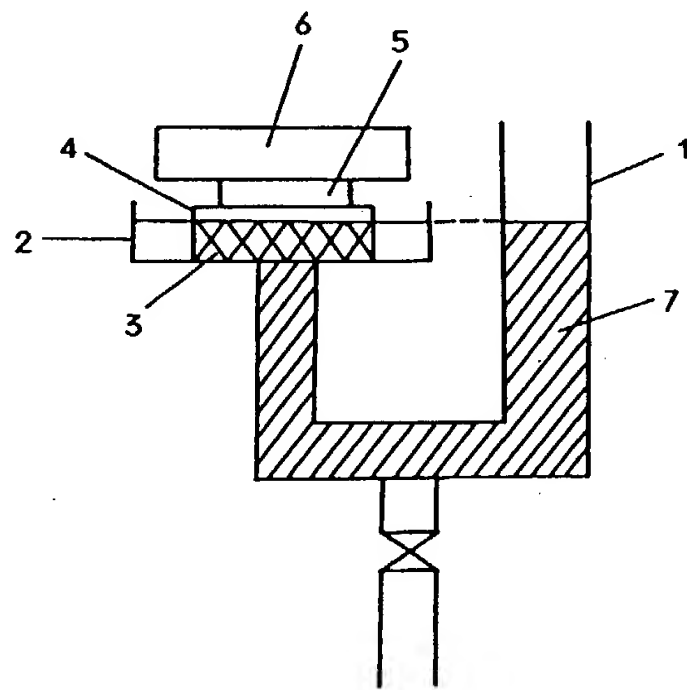
第 1 図は吸収速度の測定装置を示す略示断面図である。

- 1 ビューレット
- 2 測定台
- 3 ガラスフィルター
- 4 濾紙
- 5 試験片
- 6 荷重
- 7 生理食塩水

出願人代理人 古 谷 聖

27

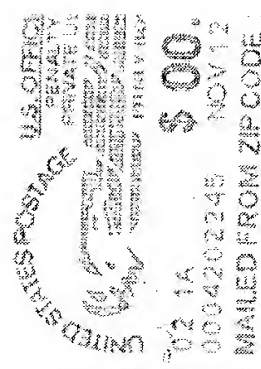
第 1 図



Organization 4C1700 Bldg./Room _____
U. S. DEPARTMENT OF COMMERCE
COMMISSIONER FOR PATENTS
P.O. BOX 1450
ALEXANDRIA, VA 22313-1450
IF UNDELIVERABLE RETURN IN TEN DAYS

OFFICIAL BUSINESS

AN EQUAL OPPORTUNITY EMPLOYER



UNDELIVERABLE AS
ADDRESSED
UNABLE TO FORWARD